

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-006660

(43)Date of publication of application : 19.01.1977

(51)Int.Cl.

A23K 1/00
A23K 1/08
C07H 3/04
A23C 21/00
// C12K 1/00

(21)Application number : 50-081936

(71)Applicant : MORINAGA MILK IND CO LTD

(22)Date of filing : 04.07.1975

(72)Inventor : OKADA KATSUTO
OGASA KATSUHIRO
TOMITA MAMORU

(54) PRODUCTION OF LACTULOSE-INCLUDING POWDERS FOR LIVESTOCK FEED

(57)Abstract:

PURPOSE: To inexpensively provide lactulose-including powders for adding to livestock feed to increase lactobacillus bifidus in digestive canal to promote the growth, whereby effective utilization of the whey is intended.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Best Available Copy

⑫特許公報(B2)

昭54-15829

⑤① Int.Cl. ²	識別記号	⑤②日本分類	庁内整理番号	⑤④公告 昭和54年(1979) 6月18日
A 23 K 1/08		6 A 13	7803-2B	
A 23 K 1/16		6 A 4	7803-2B	発明の数 1
A 23 C 3/00		34 G 0	6904-4B	
A 61 K 31/715	AEW	30 G 181	6617-4C	(全 16 頁)
		30 H 821		

1

2

⑤③飼料用ラクチュロース含有粉末の製造法

⑤①特 願 昭50-81936
 ⑤②出 願 昭50(1975)7月4日
 公 開 昭52-6660
 ⑤③昭52(1977)1月19日

⑤④発 明 者 岡田克人
 東京都目黒区目黒3の5の7
 同 小笠勝啓
 横浜市南区永田町1772の767
 同 富田守
 横浜市戸塚区汲沢町1154汲沢
 東ハイッ3-507

⑤⑤出 願 人 森永乳業株式会社
 東京都港区芝5の33の1

⑤⑥代 理 人 弁理士 桑原尚雄

⑤⑦引用文献

特 公 昭40-20221
 特 公 昭49-44331
 特 公 昭49-44332

⑤⑧特許請求の範囲

1 濃縮したホエーに水酸化カルシウムを加えて該ホエーのpHを9.4~11.2に調整し、混合液のpHが7.5~9.0となるように加熱し、均質し、アルカリ性のまま混合液を濃縮し、乾燥することを特徴とする自由流動性を有する飼料用ラクチュロース含有粉末の製造法。

発明の詳細な説明

本発明は乳業工場副産物であるチーズあるいはカゼインホエーの濃縮物またはこれらのホエーから乳糖の一部を除去したホエーから自由流動性を有する飼料用ラクチュロース含有粉末を製造する方法に関する。更に詳しくは本発明はホエーの濃縮物に、水酸化カルシウムを加えてpHを9.4~11.2に調整し、混合液のpHが7.5~9.0となるよう加熱し、均質し、アルカリ性のまま混合液

を乾燥することを特徴とする自由流動性を有する飼料用ラクチュロース含有粉末の製造法に関する。

本発明の目的は動物飼料に添加して動物に与えたとき、動物の消化管内にビイフィダス菌叢を増加せしめ成長を促進し得るラクチュロース含有粉末を安価に提供し、ホエーの有効な利用をはかることにある。

従来高純度のラクチュロースは、精製された乳糖の水溶液にアルカリ剤を添加し、加熱し、乳糖を異性化する方法により製造され、主として医薬品として使用されている。ラクチュロースは乳糖の異性化によつて生成されるものであり、乳糖を含む溶液であればどのような種類の乳糖溶液からでもアルカリ剤を加えて加熱することによりラクチュロースを製造できる。しかしながらU.S.P. Grade, Edible Grade, Technical Grade, Commercial Gradeの各等級の乳糖を水に溶解して得られる乳糖溶液から飼料用ラクチュロース含有粉末を製造することは、次の理由により極めて困難である。

(a) 飼料用ラクチュロース含有粉末の原料としては前記の各等級の乳糖は高価であり経済的でない。

(b) 前記の各種乳糖溶液にアルカリを加えて加熱し、異性化反応させ、のち乾燥することは極めて困難であり、仮りに乾燥し得たとしても、得られた粉末は容易に吸湿しケーキングする。このような溶液の乾燥を容易にし、得られた粉末のケーキングを防止する方法として特公昭49-44331, 特公昭49-44332等の方法がある。

(c) 乳糖溶液には、緩衝作用がないので、生成したラクチュロースが容易に分解され、ガラクトースとフラクトースとなり更にこのフラクトースが分解され糖酸となり、反応液のpHが7.0以下に急速に低下するためラクチュロースの生成率を高めることが困難である。

3

一方Laresonら(Larsson A.及びSjostrom, G.: Svenska Mejeritidn, 41巻, 22号, 233~235頁及び23号, 245~250頁, 1949年 Dairy Science Abstracts 13巻, 219頁1951年参照)は15mlのホエーに0~5mlの1規定水酸化ナトリウムを加え、ホエーのpHを6.6~10.0となし、80~92℃の温度で20分間加熱し、のち15℃に冷却し、pHを6.6に調製し、ホエー中に抗酸化物質を生成せしめた試験結果を報告している。

本発明者らは、この方法により水酸化ナトリウム処理ホエー粉末を製造したが、この方法には次のような欠点があった。

- (a) この処理ホエー液を通常の乾燥機により乾燥する際、乾燥機の内壁への粉末の付着が極めて多く、噴霧乾燥が困難である。
- (b) 得られた粉末は自由流動性に乏しく、かつ吸湿性が強く、容易にケーキングする。
- (c) 水酸化ナトリウムを加えて加熱し、冷却してから液のpHを6.6に中和するため、粉末中のナトリウム含量、灰分含量が多く、飼料用として不適當である。

すなわち、この方法はホエーから抗酸化作用を有する物質の製造を目的としており、本発明の目的とは全く異なるために、ラクチュロースの生成条件、均質、濃縮、乾燥の各条件、更には粉末の性状などの考慮がなされておらず、ラクチュロース含有粉末の製造方法としては不適當である。また前記の従来法により製造された高純度のラクチュロースを仔牛用の人工飼料に添加して、仔牛に投与した場合、仔牛の腸内菌叢にビフィダス菌が優勢になることが報告されている(B. Gedek: Zentralblatt Fur Bakteriologie, Parasitenkunde, Infektionskrankheiten und Hygiene: Abt. 1, Originale, 209巻, 2号244~261頁, 1969第)。しかしながら高純度のラクチュロースは前記の如く高価なため、飼料に用いることは経済的に困難である。

本発明者らは、乳業工場の副産物であるホエーまたはホエーから乳糖の一部を除去したホエーからラクチュロースの含有率の高い、ケーキングしない自由流動性を有する飼料用ラクチュロース含有粉末を安価に製造するための研究を行なつた。そして本発明者らは、従来ホエーの乾燥において

4

実施されていない方法、即ち水酸化カルシウムの粉末またはその水懸濁液を濃縮したホエーまたは乳糖の一部を除去したホエーに添加し、加熱し、均質し、アルカリ性のままで混合液を乾燥することにより、ホエーまたは乳糖の一部を除去したホエーから直接ラクチュロース含量の高い、自由流動性を有する飼料用ラクチュロース含有粉末を製造し得ること及びこの粉末を動物に与えることにより成長を促進できることを見出した。

- 10 本発明は、濃縮したホエーに、水酸化カルシウムを加えてpHを9.4~11.2に調整し、混合液のpHが7.5~9.0となるように加熱し、均質し、アルカリ性のまま混合液を乾燥することを特徴とする自由流動性を有し、ラクチュロースを約6~22%含有する飼料用ラクチュロース含有粉末の製造法である。

次に本発明の方法について詳述する。

- (1) 本発明に使用する原料溶液について。

本発明に使用する原料溶液は、チーズホエー、レンネットカゼインホエー、酸カゼインホエー、クワルクホエーなどのホエー又はこれらのホエーから一部の塩類、酸を除去したホエーあるいは一部の乳糖を除去したホエーである。更に前記ホエーまたはホエー処理物を乾燥して得られる粉末を再溶解した溶液を使用することも可能である。

(以下、上記の各溶液を原料液と記載する。)

- (2) 原料液の濃度について。

通常のホエーの固形分含量は約6.0~6.4%(重量%)である。乳糖の異性化反応は原料液の固形分の濃度とは無関係にアルカリの存在下において進行するので、本発明の方法では、原料液をそのまま使用しても良い。しかしながら本発明を有利に実施するためには、原料液の固形分含量を25~50%、特に30~40%となるように濃縮して使用するのが望ましい。また同様にホエーを濃縮して一部の乳糖を結晶分離して得られる脱乳糖ホエーは通常固形分を6~39%含んでいるので、そのまま用いてもよい。水酸化カルシウムを添加する際の原料液の固形分含量が50%以下であることが望ましい理由は、原料液の固形分含量が50%を越える場合、原料液に水酸化カルシウムを添加した液(以下混合液と記載する)を加熱し

5

た際に混合液の粘度が急激に上昇し、通常の均質機及び噴霧乾燥機での均質及び乾燥が困難になるからである。(試験1参照)

(試験 1)

ノールウェー産ゴーダチーズホエー粉末(脂肪 5
1%, 乳糖76%, 蛋白質13%, 灰分7.5%,
水分2.5%)を温水に溶解し、原料液の固形分含
量が30, 40, 50%となるよう調整した。各
原料液の温度を40℃に調整し、これを4等分し、
それぞれに原料液の固形分含量の1.5, 2.0, 10
3.0%の量の水酸化カルシウム粉末を加え(水酸
化カルシウムを加えないものを対照とした)。5

6

分間攪拌し、pHメーター(堀場製作所製。M-
7型)で混合液のpHを測定した。次いで混合液
を80℃の温度で30分間保持し、その一部を分
取し、50℃に冷却し、粘度をB型粘度計(東京
計器社製BL型)により測定し、またpHを前記
と同様の方法で40℃にて測定した。残部の混合
液を均質機(三丸機械工業社製。型式三丸2段式)
により、80℃の温度、30kg/cm²の均質圧で均
質し、のち50℃に冷却し、粘度を測定し、原料
液の固形分含量と水酸化カルシウム添加量、pH、
粘度の関係について試験した。

結果は表1に示す通りである。

(表 1)

原料液の濃度 (%)	30				40				50			
	0	1.5	2.0	3.0	0	1.5	2.0	3.0		1.5	2.0	3.0
水酸化カルシウム添加の 添加量 (%)	0											
水酸化カルシウム添加 直後の混合液の pH	5.85	9.40	10.20	10.95	5.80	9.30	10.00	10.70	5.75	9.20	9.80	10.60
加熱後の混合液の pH	5.80	8.40	8.47	8.50	5.65	8.45	8.50	8.55	5.70	8.60	8.76	8.80
均質化前の混合液の粘 度 (c.p.)	9.5	32.6	91.2	460	18.5	227	720	1700	44	840	2980	ゲル化
均質化後の混合液の粘 度 (c.p.)	6.0	5.6	7.2	7.0	14.0	280	260	210	28	71	178	-

9

表1に示すように原料液の固形分含量が50%であつて、水酸化カルシウムの添加量が原料液の固形分当り2.0%の場合、加熱後の混合液の粘度は約3,000 c. p. であり、混合液を均質にしても尚、178 c. p. と高い値であつた。又水酸化カルシウムの添加量が3.0%の場合には加熱によりゲル化した。これら何れの場合にも以後の処理に支障をきたし望ましくない。従つて原料液の固形分含量は50%が上限であり、かつこの場合の水酸化カルシウムの添加量は固形分の2.0%が上限となる。一方、後述するように水酸化カルシウムの添加後、長時間加熱したり、あるいは濃縮することは生成したラクチンロースを分解するので好ましくない(表3参照)ので、原料液の固形分含量を低くすることは望ましくない。従つて全乳糖中の8~30%のラクチンロースの生成率が得られ、かつ加熱処理後、容易に短時間のうちに固形分値を55~60%まで濃縮することのできる30~40%の固形分含量の原料液を用いるのが最も望ましい。

(3) 原料液に添加する水酸化カルシウムの量について。

ラクチンロースは水酸化カルシウム以外のアルカリ剤;例えば水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸水素カリウム、第二リン酸ナトリウム、第三リン酸ナトリウム、第二リン酸カリウム、第三リン酸カリウムなどのアルカリ剤でも乳糖から製造されるが、本発明においては次の理由から、水酸化カルシウムを使用する。

- 水酸化カルシウムを使用することにより、飼料中にカルシウムを増強することができる。
- 水酸化カルシウムを使用した場合でも、ラクチンロースの生成量は他のアルカリ剤を使用した場合と同等であり、ラクチンロース含量約6~22%の飼料粉末を製造し得る。
- 水酸化カルシウムを使用することにより原料液中のリン酸、クエン酸、乳酸を難溶性のカルシウム塩としてその90%以上を沈殿させることができるので飼料粉末に自由流動性を付与し得る。
- 水酸化カルシウムを使用した場合、他のアルカリ剤を使用した場合に比して、原料液中の殆んどの蛋白質を容易に熱凝固させること

10

ができるので飼料粉末に自由流動性を付与し得る。

- 前記(c)及び(d)記載のカルシウム塩、熱凝集蛋白質を均質にすることにより、原料液の粘度が大幅に低下し、高い固形分含量まで濃縮することが可能となり、乾燥費を低下させることができるので、安価に飼料を製造し得る。
- 原料液を乾燥する場合、前記の各カルシウム塩は、乾燥機内壁への粉末の付着を少なくする効果を有するので、容易に飼料粉末を製造し得る。
- 各カルシウム塩及び熱凝集蛋白質を均質し、破碎することにより、これらの破碎された沈殿物及び凝集物は、飼料粉末の自由流動性をもたらし、ケーキングを防止するので、保存性の良好な飼料粉末を製造し得る。

水酸化カルシウムは粉末状または1~20%の水懸濁液の状態で原料液に添加される。

原料液に添加する水酸化カルシウムの量は次の

20 試験2により決定された。

(試験 2)

試験1で使用したのと同じのノールウエー産のゴダーチーズホエー粉末を固形分含量30%となるよう温水に溶解し、原料液200kgを調整した(pHは5.85)。上記の原料液を10kgずつステンレスのバットにとりのち、ウォーターバスで90℃に加熱し、水酸化カルシウム粉末をそれぞれ15g, 30g, 40g, 45g, 60g, 75g, 90g, 120g, 150g, 180g添加し、20分間保持し50℃に冷却した。各混合液のpH, ラクチンロース及びガラクトースの含量を次の方法で測定し、水酸化カルシウムの添加量とラクチンロース生成率を試験した。pHは試験1と同様の方法で測定した。ラクチンロース、ガラクトース含量をSweeleyのガスクロマトグラフ法(Journal of the American Chemical Society, 85巻、2497頁、1963年)により測定し、原料液中の全乳糖含量に対する百分率として算出した。また、加熱前のpHは前記30%濃度の原料液の一例をとり、40℃にて、上記のホエー固形分と水酸化カルシウムの混合比率で、水酸化カルシウムを加えて充分攪拌後測定した。

11

12

(表 2)

水酸化カルシウムの 添加量	15g	30g	40g	45g	60g	75g	90g	105g	120g	150g	180g
加熱前の混合液の pH	6.30	7.6	9.0	9.40	10.20	10.70	10.95	11.10	11.20	11.30	11.35
ラクチクロース(%) 生成率	0.5	1.0	3.6	8.4	15.4	19.6	22.1	25.3	28.7	26.1	25.2
ガラクトース(%) 副生率	0.1	0.2	0.2	0.6	1.5	2.6	6.2	8.3	9.3	12.7	21.9
加熱後の混合液の pH	6.00	6.75	7.10	7.50	8.12	8.00	8.50	8.51	8.53	8.58	8.60

13

表2の結果から次のことが明らかとなつた。

- (a) 水酸化カルシウムの添加量が少なく、pHが9.4未満の混合液を加熱した場合、乳糖の異性化率が低く、ラクチュロースの生成率は原料液中の乳糖中の僅か8%以下であり、効率的でない。
- (b) pHが11.2を越える混合液を加熱した場合、水酸化カルシウムの添加量が多くなつてもラクチュロースの生成量が増加しないばかりでなく、生成したラクチュロースがガラクトースとフラクトースへ分解し、ガラクトースの含量が急激に増加し、逆にラクチュロースの量が低下する。
- (c) pHが9.4～11.2の間ではラクチュロースの生成率が8.4～28.7%、ガラクトースの副生率は0.6%～9.3%であり、有効にラクチュロースの生成が行なわれる。

以上の結果から原料液のpHが9.4～11.2の範囲となるように原料液に水酸化カルシウムを添加し、加熱すれば、原料液中の乳糖の約8.0～30.0%がラクチュロースに異性化されることが明らかとなつた。同様の試験をチエダーチーズホエー、クワルクホエー、酸カゼインホエー、脱乳糖ホエーでも実施したが、表2と同様な結果を得た。水酸化カルシウムは乳糖の異性化反応に使用されるのであるが、ホエーには種々の組成、性状のホエーがあり、添加した水酸化カルシウムは酸度の中

和あるいは蛋白質の沈殿等にも一部消費される。しかし、これらの水酸化カルシウムの消費量を考慮してもpHを9.4～11.2の範囲に規定すれば如何なる乳糖含有量のホエーに対してもこのpH30範囲で充分に乳糖の異性化を行なうことができる。

(4) 混合液の加熱。

混合液はバッチ式又は連続式で、60℃～95℃の温度で混合液のpHが7.5～9.0(40℃にて)となるような条件で加熱される。加熱の条件は、混合液のpH、加熱温度、加熱時間によつて異なるので加熱終了時の混合液のpHを一定のpH範囲にすることによつて定める。バッチ式加熱の場合には、原料液を加熱装置及び攪拌装置を備えたタンクへ一定量注入し、水酸化カルシウム粉末を加えてpHを9.4～11.2に調整し、60～95℃の温度で混合液

14

のpHが7.5～9.0(40℃にて)の範囲となるよう加熱する。また、連続式加熱の場合は、同様のタンクへ一定流量で連続的に注入し、一方同じバランスタンクへ水酸化カルシウムの1～20%の濃度の水懸濁液を原料液のpHが9.4～11.2(但し、40℃におけるpHが9.4～11.2となる原料液と水酸化カルシウム水懸濁液の混合比率を予め試験し、この比率と同一の比率にて混合する。)となる如く、一定流量で連続的に注入し、強力に攪拌しながら60℃以上の温度で加熱し、注入された原料液と水酸化カルシウム水懸濁液との混合液をタンクからオーバーフローさせる。そしてオーバーフローした混合液のpHが7.5～9.0(40℃にて)となるように、加熱温度、タンクの大きさ、原料液及び水酸化カルシウム水懸濁液の注入量を調整し、混合液のタンク内での平均滞留時間を決定する。この加熱により混合液のpHは7.5～9.0となり、原料液中のリン酸、クエン酸、乳糖などの90%以上が難溶性カルシウム塩として結晶し、同時に原料液中の窒素化合物及び蛋白質の殆んどが加熱凝集し、カルシウム塩と共沈する。しかしながらバランスタンク内の液を強力に攪拌することにより、これらの物質は沈殿せずに混合液中に懸濁、分散している。

混合液の加熱温度と加熱時間は次の試験3及び4により決定された。

(試験 3)

試験2と同様の方法で調整した混合液(固形分含量30%、水酸化カルシウム添加量3%)を直径1cm、長さ12cmのガラスチューブ20本に各6mlずつ分注し、そのうち1本を加熱しない対照とし、残りを90℃に温度調整したウォーターバスに浸漬し、1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 75, 90, 120, 180, 240分間加熱し、のちガラスチューブを取り出し、直ちに氷水に入れて急冷し、各混合液pHとラクチュロースのガラクトース含量を試験2と同一の方法で測定し、加熱時間とラクチュロース生成率ガラクトースの副生率との関係を試験した。その結果は表3に示す通りである。

15

16

(表 3)

加熱時間(分)	0	1	2	3	4	5	6	7	10	15	20	25	30	40	50	60	75	90	120	180	240
加熱後の混合液の pH	※	9.85	9.60	9.45	9.35	9.20	9.05	9.00	8.85	8.60	8.50	8.35	8.25	8.00	7.75	7.50	7.30	7.30	7.10	6.80	6.50
ラクチンコロース(%)生成率	0	17.4	19.6	20.6	21.0	21.2	22.3	22.6	22.7	22.6	22.4	22.3	22.0	21.4	21.8	21.6	20.1	19.3	18.4	17.2	16.0
ガラクトース(%)副生率	0	0.9	1.9	2.1	2.9	3.4	4.7	5.4	5.8	6.0	6.20	6.30	6.60	7.00	8.60	9.10	12.3	14.7	16.9	18.4	20.9

※ 加熱しない対照

17

表3から混合液のpHが9.0となるよう加熱した試料ではラクチノロースの生成率がほぼ最高に達し、一方混合液のpHが7.5未満となるよう加熱した試料では生成したラクチノロースが急速に減少していくことが認められる。そして混合液のpHが9.0～7.5の範囲となるよう加熱した試料では、ラクチノロースの生成率が21.4～22.7%と一定している。また混合液を長時間加熱することにより混合液のpHが低下し、ラクチノロースの生成率が減少し、ガラクトースが増加することが明らかであり、混合液を長時間加熱することは好ましくない。従つて、本発明の方法において高いラクチノロースの含量を維持するためには、混合液のpHが9.0～7.5の範囲にとどまるよう

(表 4)

加熱 温度	時間分 pH	※ 0	5	10	20	30	40	60	90	120	180	240
60℃		10.70	10.50	10.25	10.00	9.75	9.55	9.35	9.10	8.80	8.50	8.20
70℃		10.70	9.90	9.65	9.25	9.00	8.80	8.60	8.20	8.10	7.65	7.30
80℃		10.70	9.45	9.10	8.75	8.50	8.30	8.05	7.75	7.60	7.30	6.80
90℃		10.70	9.20	8.85	8.50	8.25	8.00	7.50	7.30	7.10	6.80	6.50
95℃		10.70	8.90	8.55	8.10	7.60	7.40	7.25	7.05	6.70	6.40	6.10

※ 加熱しない対照

表4から加熱後の混合液のpHが7.5～9.0の範囲となる加熱温度と加熱時間との関係は、60℃の温度で120～240分間、70℃で30～180分間、80℃で20～120分間、90℃で10～60分間、95℃で5～30分間それぞれ保持すればよいことが判る。

従つて本発明の方法は前記の加熱条件で実施できるが、処理時間を短縮するためには高温で加熱するのが望ましい。

(5) 混合液の均質

加熱された混合液は次に均質される。

均質は通常用いられている均質機を使用して混合液の濃度及びpH、水酸化カルシウムの添加量などによつて、温度60～90℃、均質圧20～60kg/cm²の範囲で行なわれる。加熱された混合液中には多量の凝集沈殿物が懸濁分散

々に加熱する必要がある。

試験3において加熱した後の混合液のpHが7.5～9.0の範囲が望ましいことが判明したので、本発明者らは加熱温度、加熱時間と混合液のpHとの関係を求めるために次の試験を行なつた。

(試験 4)

試験1で使用したのと同じのノールウエー産ゴーダーチーズホエー粉末を用い、試験1と同様の方法で固形分含量30%の原料液を調整した。水酸化カルシウム粉末を原料液1.0kgに対し9.0g(固形分当り3%)を加え、表4記載の温度と時間で各混合液を加熱した。そして試験1と同様の方法で混合液のpHを測定し、加熱温度と加熱時間による混合液のpHの変化を試験した。

しており、水酸化カルシウムの添加量の多い程、原料液の固形分含量の高い程、加熱後の粘度も高くなる(表1参照)。均質はこれらの凝集沈殿物を物理的に粉碎し、混合液中に微細な状態で分散させ、混合液の粘度を低下させることによつて次の乾燥を容易ならしめるのが目的である。この均質化処理により混合液の粘度が低下するので、固形分含量の低い原料液を使用した場合には、均質処理後に再濃縮し、固形分含量を55～60%に調整することも可能である。均質後、濃縮する場合混合液中のラクチノロースの分解を避けるために65℃以下、望ましくは40～50℃に冷却する。

また均質後、濃縮する場合でも現在乳業界で使用されている連続式濃縮機では70℃以下の温度で4～10分間で混合液を所望の固形分含

19

量に濃縮できるので混合液の pH を 7.5 ~ 9.0 に保つことが可能である。またホエー中の蛋白質、クエン酸根、リン酸根などが緩衝作用を有するので混合液の pH が 7.5 ~ 9.0 の範囲において、70℃以下で混合液を濃縮しても混合液中のラクチュロースは分解されない。また均質後濃縮するかわりに、混合液にバターミルクパウダー、ホエーパウダー、脱脂粉乳等を加えて溶解し、混合液の固形分含量を前記の如く増加させることも可能である。混合液を均質後濃縮する場合は混合液中のラクチュロースが分解しないよう配慮しなければならないがバターミルクパウダー、ホエーパウダー、脱脂粉乳等を添加する方法は、そのような配慮が不要なので本発明の方法の実施にあたり特に望ましい。

(6) 混合液の乾燥

前記の如くして得られた固形分含量 55 ~ 60% の混合液をそのままアルカリ性で乾燥する。乾燥は噴霧乾燥法、ドラム乾燥法等で通常ホエーを乾燥する条件で行なわれる。通常のチーズホエーの乾燥においては、ホエーを濃縮し、固形分含量 50 ~ 55% となし、乳糖を予備結晶させ、のち遠心式噴霧乾燥を行なっているが、本発明においては乳糖の予備結晶の必要がなく、噴霧乾燥することができる。その理由は次の通りである。

(a) 乾燥前の混合液の pH が 7.5 ~ 9.0 に維持されているために、乳糖の溶解度が高く、乳糖の結晶が生じない。(Fundamentals of Dairy Chemistry, Byron H. Webb and Arnold H. Johnson, The Avi Publishing Company, Inc. 1965 P. 236, Westport, Connecticut)

(b) 混合液中の乳糖の約 8 ~ 30% が結晶化しないラクチュロースとなり、結晶しやすい乳糖の絶対量が減少していること。また、加熱後の均質により大幅に混合液の粘度が低下するため、通常のホエーの場合よりも 5 ~ 10% 高い固形分含量まで何ら問題なく、常法により噴霧乾燥が可能である。本発明の効果は次の通りである。

(a) 乳糖工場の副産物である原料液から粉末中約 6 ~ 22% のラクチュロースを含有する付加価値の高い飼料用粉末を安価に大量

20

に製造でき、かつ工場廃水処理の問題を解決できること。

(b) 生成した蛋白質及びリン酸、クエン酸、乳酸等の凝集及び沈殿物を均質することにより混合液の粘度を大幅に低下させることができ、高い固形分含量の混合液を容易に乾燥し得るので安価に飼料用粉末を製造できること。

(c) 乾燥前の混合液の pH が 7.5 ~ 9.0 に保たれていることにより、乳糖の溶解度が高く、乳糖の結晶化を防止するため前記(b)の効果と併せて乳糖の予備結晶を必要とせず高い固形分含量の混合液を乾燥することができるので安価に飼料粉末を製造できること。

(d) 生成した難溶性カルシウム塩が混合液を乾燥する際、乾燥機内壁への粉末の付着を防止し、かつ非結晶性のラクチュロースを含む飼料粉末に自由流動性を与え、ケーキングを防止するので、保存性の良好な飼料粉末を製造できること。

(e) pH 7.5 ~ 9.0 に保ちつつ混合液を噴霧乾燥するので乳糖の β -化率が高く、水に易溶な飼料粉末を製造できること。

(f) 本発明の方法により製造したラクチュロースを含有する飼料用粉末と市販のホエー粉末とを飼料成分として生後 1 ヶ月の仔豚に投与した試験を行なった。その結果、本発明の方法により製造した飼料用粉末を投与した群では市販のホエー粉末投与群よりも体重の増加が良好であり、母乳から人工乳への移行期間が短く、嗜好性が良好であった。

実施例 1

ノールウエー産ゴータチーズホエー粉末(その標準組成は表5に示した。)を30%濃度となるように50℃の温水にて溶解し、20kgの原料液を調整した。この原料液20kgに対し、食品添加用の水酸化カルシウム粉末180g(ホエー固形分の3%)を添加し、混合液のpHを10.70(40℃)に調整した。この混合液を80℃の温度で20分加熱し、混合液のpHを8.07とし、直ちに均質機(三丸機械製作所製)にて50kg/cm², 76℃の均質条件で均質し、50℃まで

21

冷却した。この均質した混合液の性状は pH8.05 (40℃), 粘度 9.0 c.p. (50℃) であった。

(表5)

ホエー粉末の標準組成

脂肪	1.0 %
蛋白質	13.0 %
乳糖	76.0 %
灰分	7.5 %
水分	2.5 %

この均質した混合液をプレート型濃縮機(英国 APV 社製)により常法に従い固形分含量 5.6.2 % に濃縮し、遠心式噴霧乾燥機(デンマーク, Anhydro 社製)により常法に従い乾燥し、粉末約 5 kg を得た。このときの濃縮された混合液の pH は 7.75 (40℃), 粘度 8.4 c.p. (50℃) であり、濃縮及び乾燥は何ら問題なく通常の脱脂乳の濃縮乾燥の状態とほぼ同じ状態にて実施された。得られた粉末は淡色でさわやかな甘味を有していた。この粉末の組成を分析した結果を表 6 に示した。

(表6)

粉末の組成

脂肪	0.9 %
蛋白質	13.3 %
乳糖	53.7 %
ラクチュロース	16.8 %
ガラクトース	1.9 %
その他 ※	2.0 %
灰分	9.3 %
水分	2.1 %

22

※ その他はフラクトースなどの炭水化物及びフラクトースが更に分解して生成した各種糖酸などを含むこれらの粉末を厚さ 0.7 % のポリエチレン袋に約 2 kg ずつ密封し、室温及び 37℃ のフラン器に 2 ヶ月間保存したが、粉末のケーキングは認められず脱脂粉乳と同様の良好な自由流動性を有していた。次に本発明者等は実施例 1 の方法で製造した飼料用ラクチュロース含有粉末と市販のホエー粉末とを飼料成分として添加した飼料を作成し、仔豚に投与して飼育試験を行つた。ランドレース種雌の同一豚より娩出した生後 1 か月の体重 7.9 (No 3)、8.5 (No 1)、9.6 (No 2)、10.0 (No 4) kg の雄を 4 頭用いた。これらの仔豚を 2 頭ずつ 2 群に分け、1 頭ずつ鉄製の豚房に入れ、通風、採光、及び保温を充分配慮し、表 6 の 1 に示す 2 種類の飼料を 1 日 3 回、時間給餌し、飲水を自由採取出来る状態で、30 日間飼育した。そして飼料の摂取量を毎日測定し、試験期間中の合計飼料摂取量及び 1 日当りの平均飼料摂取量を求め、実験開始後 16 日目及び 31 日目に体重を測定し、増体重、増体率、1 日当りの平均増体重及び飼料効率(飼料摂取量 1 kg に対する体重増加量)を求めて比較した。更に、実験開始後 16 日目及び 31 日目に各仔豚の腸内菌叢を次の方法で測定した。豚の直腸部に滅菌スバチュラを入れて採糞し、これを輸送用液体培地(光岡:感染症学会雑誌, 45 巻, 408 頁, 1971 年)に入れ、これを懸濁して各 1 ml を採取し、9 ml の滅菌生理食塩水を加えて混合し、以下常法に従つて希釈し、光岡の方法(日本細菌学雑誌, 29 巻, 775 頁, 1974 年)で培養し、腸内菌叢を試験した。なお、すべての仔豚には試験前に抗生物質が添加された市販飼料が投与されていた。その結果は表 6 の 2~6 の 5 の通りであつた。表 6 の 2 は増体重、増体率、1 日当りの増体量を示し、表 6 の 3 は飼料摂取量を示し、表 6 の 4 は飼料効率を示し、表 6 の 5 は腸内菌叢を示す。

23

24

表 6 の 1

単味飼料名	対照群飼料	試験群飼料
トウモロコシ	24.5 (%)	24.5 (%)
フスマ	4.0	4.0
砂 糖	5.0	5.0
脱脂米糠	6.0	6.0
大 麦	13.4	13.4
脱脂大豆	14.7	14.7
魚 粉	7.5	7.5
ビール酵母	2.0	2.0
ホエー粉末	1.0	—
実施例1により得た粉末	—	1.0
小 麦	1.0	1.0
炭酸カルシウム	0.4	0.4
第2リン酸カルシウム	0.9	0.9
食 塩	0.5	0.5
ミネラル	0.1	0.1
ビタミン類	1.0	1.0

表 6 の 2

試験群	試験No	項 目	飼 料 投 与 後		
			1 6 日 目	2 1 日 目	平 均
対 照 群 試 験 群	No1	測定体重 (kg)	13.1	18.2	15.65
		増体重 (kg)	4.6	5.1	4.85
		増体率 (%)	54.1	38.9	46.5
		1日当り増体重 (kg)	0.31	0.34	0.33
	No2	測定体重 (kg)	14.1	19.5	16.80
		増体重 (kg)	4.5	5.4	4.95
		増体率 (%)	46.9	38.3	42.6
		1日当り増体重量 (kg)	0.30	0.36	0.33
	No3	測定体重 (kg)	13.3	19.3	16.3
		増体重 (kg)	5.4	6.0	5.70
		増体率 (%)	68.4	45.1	56.8
		1日当り増体重 (kg)	0.36	0.40	0.38
	No4	測定体重 (kg)	15.6	21.9	18.75
		増体重 (kg)	5.6	6.3	5.95
		増体率 (%)	56.0	40.4	48.2
		1日当り増体重 (kg)	0.37	0.42	0.40

25

26

表 6 の 3

試験群	試験No	平均飼料摂取量		合計飼料摂取量
		1~15日	16~30日	
対 照 群	No1	0.86 (kg/日)	0.92 (kg/日)	26.7 (kg)
	No2	0.83	0.96	26.9
試 験 群	No3	0.88	0.97	27.8
	No4	0.93	1.04	29.6

表 6 の 4

試験群	試験Nn	飼料効率
対 照 群	No 1	0.36
	No 2	0.37
試 験 群	No 3	0.41
	No 4	0.40

表 6 の 5

試験群	試験 Nn	項 目	試験前	試 験 後	
				16日目	31日目
対 照 群	No 1	嫌気性菌総菌数	1.5×10^6	1.6×10^{10}	1.8×10^{10}
		Bifidobacterium	$<10^6$ (o)	3.4×10^7	2.0×10^7
		Lactobacillus	9.6×10^9	5.0×10^9	1.2×10^{10}
		Enterobacteriac	2.2×10^7	9.3×10^6	6.3×10^5
		pH	7.0	7.0	6.8
	No 2	嫌気性菌総菌数	2.3×10^6	2.1×10^{10}	1.6×10^{10}
		Bifidobacterium	$<10^6$	2.4×10^6	3.0×10^7
		Lactobacillus	8.7×10^9	4.0×10^9	9.2×10^9
		Enterobacteriaceae	2.4×10^7	8.1×10^6	7.2×10^6
試 験 群	No 3	pH	7.0	6.8	6.8
		嫌気性菌総菌数	1.8×10^6	3.0×10^9	3.1×10^{10}
		Bifidobacterium	$<10^6$ (o)	2.2×10^9	9.0×10^9
		Lactobacillus	4.3×10^9	2.7×10^9	3.6×10^{10}
		Enterobacteriaceae	5.5×10^6	$<10^3$ (o)	1.0×10^4
	No 4	pH	7.0	6.6	6.4
		嫌気性菌総菌数	2.1×10^6	2.4×10^{10}	2.0×10^{10}
		Bifidobacterium	$<10^6$ (o)	3.4×10^9	2.0×10^9
		Lactobacillus	5.1×10^9	3.1×10^9	8.4×10^9
		Enterobacteriaceae	6.1×10^6	$<10^3$	$<10^3$
		pH	7.0	6.4	6.6

27

以上の結果から明らかな如く、本発明の飼料用ラクチュロース含有粉末を添加した飼料を与えた試験群の仔豚はホー粉末を添加した飼料で飼育された対照群の仔豚よりも体重増加率、飼料効率が良く、更に飼料摂取量は試験群が多く嗜好性も良好である。更に、試験群の仔豚の腸内細菌叢では、*Bifidobacterium*の増加、

*Enterobacteriaceae*の減少が認められた。このように本発明の飼料用ラクチュロース含有粉末は体重増加及び腸内菌叢の改善に有効であり、飼料添加物として極めて有用であることが判明した。

実施例 2

常法により作成した乳酸カゼインホー100kgを実施例1記載と同様の濃縮機を用いて固形分含量約20%まで濃縮し、食品添加用の水酸化カルシウムの粉末450gを加えて、pHを11.00とした。次いでこの混合液を90℃の温度で7分間加熱し、pHを8.9となし、6.5℃に冷却し、実施例1と同じ均質機で6.5℃、30kg/㎤の均質条件で均質し、5.0℃に冷却し、以下実施例1と同様の方法で固形分含量約50%に濃縮し、噴霧乾燥し、粉末約5.4kgを得た。

原料液の組成及び性状、混合液及びその濃縮混合液の性状を表7及び表8に示す。

(表 7)

脂 肪	0.2%
蛋白質	2.7%
乳 糖	14.1%
灰 分	1.5%
固形分	20.2%
pH	4.26 (20℃)

(表 8)

	均質後の 混合液	濃縮後の 混合液
固形分含量	21.7%	50.3%
pH (40℃)	8.70	8.10
粘度 (50℃)	5 c. p.	64 c. p.

濃縮された混合液を検鏡したが乳糖の結晶は認められなかった。粉末の組成は表9に示す通りで

28

あり、濃縮、乾燥工程上何ら問題なく、得られた粉末は自由流動性を有し、淡褐色のラクチュロース特有の甘味を有していた。この粉末を0.7%厚のポリエチレン袋に各2kgずつ充填し、密封し、室温及び37℃のフラン器にて2カ月間保存したが粉末は自由流動性を有し、ケーキングは認められなかった。

(表 9)

粉末の組成

脂 肪	0.8
蛋白質	13.0%
乳 糖	35.7%
ラクチュロース	19.6%
ガラクトース	5.7%
その他 ※	6.9%
灰 分	16.4%
水 分	1.9%

※表6の注と同じ

実施例 3

常法に従いチーズホーを濃縮し、乳糖を結晶させ、一部の乳糖を分離除去した脱乳糖ホー10kg(組成は表10参照)に水酸化カルシウムの10%水懸濁液1.5kgを加えて充分攪拌し、pHを10.00(40℃)とし、75℃の温度で30分間加熱し、pHを8.5(40℃)となし、のち60℃、30kg/㎤で均質し、5.0℃に冷却した(均質後の混合液のpHは8.4(40℃)であつた)。以下実施例1と同様の方法で乾燥し粉末約3.1kgを得た。混合液の均質前後の性状及び粉末の組成はそれぞれ表11及び表12に示す通りであつた。

(表10)

脂 肪	1.3%
蛋白質	9.3%
乳 糖	18.3%
灰 分	7.7%
固形分	38.3%
pH	5.10 (40℃)

29

(表 1 1)

	均質前	均質後
固形分	39.9%	40.4%
粘 度	483c.p.	83c.p.

(表 1 2) 粉末の組成

脂 肪	3.4%
蛋白質	23.6%
乳 糖	36.3%
ラクチンロース	7.7%
ガラクトース	0.6%
その他 ※	1.1%
灰 分	24.1%
水 分	3.2%

※表 6 の注と同じ

尚乾燥工程上何ら問題なく、得られた粉末は自由流動性を有し、実施例 1 と同様の保存試験によつてもケーキングは認められなかつた。

実施例 4

実施例 1 と全く同様にしてノールウエー産ゴダーチーズホエー粉末を 30% 濃度となるように 50℃ の温水に溶解し、20kg の原料液を調整した。この原料液 20kg に対し、食品添加用の水酸化カルシウム粉末 240g を添加し、混合液の pH を 11.2 (40℃) に調整した。この混合液を 90℃ で 10 分間加熱し、pH を 8.6 (40℃) とにし直ちに均質機にて 40kg/cm²、85℃ の均質条件で均質し、50℃ まで冷却した。この均質後の混合液の性状は pH 8.5 (40℃)、粘度 37c.p. (50℃) であつた。この均質後の混合液 10kg に対し、2kg の市販脱脂粉乳 (組成は表 1 3 参照) を添加し、充分攪拌し、完全に溶解させた。この溶液は固形分含量 50.4% pH 8.35 (40℃)、粘度 96c.p. (50℃) であつた。この溶液を実施例 1 と同様に乾燥し、粉末約 4.2kg を得た。噴霧乾燥は何ら問題なく、得られた粉末は僅かに褐色であり、自由流動性のある良質なものであつた。この粉末の組成は表 1 4 に示す通りであり、この粉末を実施例 1 と同じ条件下でカ月保管したがケーキングは認められず、

30

脱脂粉乳と同様の良好な自由流動性を有していた。

(表 1 3)

添加した脱脂粉乳
の組成

脂 肪	1.0%
蛋白質	35.0%
乳 糖	55.0%
灰 分	6.0%
水 分	3.0%

(表 1 4)

粉末の組成

脂 肪	1.0%
蛋白質	22.1%
乳 糖	53.7%
ラクチンロース	6.4%
ガラクトース	2.9%
その他 ※	3.1%
灰 分	8.4%
水 分	2.4%

※ 表 6 の注と同じ

実施例 5

実施例 1 と同じノールウエー産ゴダーチーズホエー粉末を 40% 濃度となるように 50℃ の温水にて溶解し、20ℓ の原料液を調製した。一方食品添加用の水酸化カルシウム 240g に 60℃ の温水を加えて 4800ml とし、約 5% 濃度の懸濁溶液を調整した。

まず最初に加温、攪拌装置付きのオーバーフロー型小型バランスタンク 1 (容量 2ℓ にてオーバーフローする。) に原料液 1200ml を入れ、90℃ に加熱し、攪拌しながら水酸化カルシウム懸濁液 300ml を加え、90℃ にて 10 分加温保持後、原料液を 180ml/分、水酸化カルシウム懸濁液を 45ml/分 で連続的にバランスタンクへ注入し激しく攪拌しながらバランスタンク内の温度を 90℃ に保持した。約 2 分 10 秒経過後、オーバーフローが開始され以後約 225ml/分の割合で加熱された混合液がオーバーフローし、約

31

94分にて終了した。オーバーフローした混合液を別のバランスタンク2に導き、50℃の温度に冷却し、貯蔵した。オーバーフロー終了後約5分間経たのちにバランスタンク1内の混合液の全量をバランスタンク2に移し、50℃の温度に冷却した。前記の原料液と水酸化カルシウム懸濁液と同じ混合比率にて一部ビーカーにとり、40℃にてpHを測定したところpHは10.6であつた。また原料液のバランスタンク1内の平均滞留時間は約9分であつた。加熱後の混合液のpHは8.8₁₀(40℃)粘度は860c.p.(50℃)及び固形分含量は33.5%であつた。

この混合液を実施例1と同様の方法で均質した。均質後の混合液は粘度41c.p.(50℃)となつた。この均質後の混合液約20kgを実施例1と同様の方法で固形分含量52.5%に濃縮した。この濃縮された混合液のpHは7.80(40℃),粘度は104c.p.(50℃)であつた。次いで実施例1と同様の方法で乾燥し、約7.4kgの粉末を得た。得られた粉末は淡褐色であり、さわや20

32

かな甘味を有しており、自由流動性を有し、実施例1と同じ保存試験においてもゲーキングは認められなかつた。この粉末の組成を分析した結果は表15に示す通りであつた。

(表 15)

粉末の組成

脂 肪	0.9%
蛋白質	13.4%
乳 糖	53.5%
ラクチュロース	16.8%
ガラクトース	1.9%
その他 ※	2.0%
灰 分	9.4%
水 分	2.1%

※ 表6の注と同じ

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.